

**Фотометрическое измерение концентраций ацетилацетоната гафния (IV) - тетракис (2,4-пентандионато)-гафния (IV) в воздухе рабочей зоны**

**Государственная система санитарно-эпидемиологического нормирования Российской Федерации**

**4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ**

**Фотометрическое измерение концентраций ацетилацетоната гафния ( IV) - тетракис (2,4-пентандионато)-гафния (IV) в воздухе рабочей зоны**

**МУК 4.1.0.349-96**

**Минздрав России**

**Москва · 1999**

1. Методические указания разработаны с целью обеспечения контроля соответствия фактических концентраций вредных веществ их предельно допустимым концентрациям (ПДК) и ориентировочно безопасным уровням воздействия (ОБУВ) - санитарно-гигиеническим нормативам и являются обязательными при осуществлении санитарного контроля.

2. Методические указания по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны (выпуск 32) утверждены и. о. Председателя Госкомсанэпиднадзора России - заместителем Главного государственного санитарного врача Российской Федерации 8 июня 1996 г.

3. Введены впервые.

4. Включенные в данный выпуск методики контроля разработаны и подготовлены в соответствии с требованиями ГОСТа 12.1.005-88 ССБТ «Воздух рабочей зоны. Общие санитарно-гигиенические требования», ГОСТа 12.1.016-79 ССБТ «Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ», ГОСТа Р 1.5-92 п. 7.3, ГОСТа 8.101-90 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений». Методические указания одобрены комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию Госкомсанэпиднадзора России и Проблемной комиссией «Научные основы гигиены труда и профпатологии».

Методические указания по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны (выпуск 32) предназначены для центров Госсанэпиднадзора, санитарных лабораторий промышленных предприятий при осуществлении контроля за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны, а также заинтересованных министерств и ведомств.

Ответственный исполнитель: Г.А. Дьякова

Исполнители: Г.А. Дьякова, Л.Г. Макеева, Е.М. Малинина, С.М. Попова, Н.С. Горячев, М.И. Аржанова, Т.В. Рязанцева, Е.Н. Грицун.

УТВЕРЖДЕНО

И. о. Председателя Госкомсанэпиднадзора

России - заместителем Главного

государственного санитарного врача

Российской Федерации

Г.Г. Онищенко

8 июня 1996 г.

МУК 4.1.0.349-96

Дата введения: с момента утверждения

**4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ**

**Фотометрическое измерение концентраций ацетилацетоната гафния ( IV) - тетракис (2,4-пентандионато)-гафния (IV) в воздухе рабочей зоны**

М. м. 574,93

Ацетилацетонат гафния (IV) - белый кристаллический порошок со специфическим запахом ацетилацетона.  $T_{пл}$  - 188 °С (с разложением). Упругость паров - 0,02 мм рт. ст. (126 °С). В воде не растворяется, слабо растворим в этаноле (9 % при 20 °С), толуоле (10 % при 20 °С), хлороформе.

В воздухе находится в виде аэрозоля.

Умеренно кумулирует в организме и раздражает слизистую глаза. Действует на функции ЦНС и почек.

ОБУВ в воздухе - 1,0 мг/м<sup>3</sup>.

**Характеристика метода**

Метод основан на реакции взаимодействия ксиленолового оранжевого с ацетилацетонатом гафния с образованием окрашенного комплексного соединения с последующим фотометрическим измерением при длине волны 490 нм.

Отбор проб производится с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения концентрации вещества в анализируемом объеме пробы - 7 мкг/мл.

Нижний предел измерения в воздухе - 0,5 мг/м<sup>3</sup> (при отборе 198 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе от 0,5 до 5,0 мг/м<sup>3</sup>.

Определению не мешают сопутствующие соли гафния и циркония.

Суммарная погрешность измерения не превышает ±16 %.

Время выполнения измерения, не включая отбор проб - 40 мин.

#### Приборы, аппаратура, посуда

Спектрофотометр

Фильтродержатель

Аспирационное устройство

Пипетки, вместимостью 1, 5, 10 мл

ГОСТ 20292-74

Пробирки колориметрические с притертыми пробками

ГОСТ 1770-74

Колбы мерные, вместимостью 25, 50 и 100 мл

ГОСТ 1770-74

Химические стаканы, вместимостью 50 мл

ГОСТ 25336-82

Воронка делительная, вместимостью 20 мл

ГОСТ 25336-82

Бумажные фильтры «синяя лента»

#### Реактивы, растворы, материалы

Ацетилацетонат гафния

Хлороформ

ГОСТ 20015-74

*Стандартный раствор № 1 с концентрацией ацетилацетоната гафния 0,1 мг/мл* готовят растворением 5 мг вещества в мерной колбе, вместимостью 50 мл в хлороформе. Раствор устойчив в течение месяца при герметичном хранении.

Азотная кислота, 1 М раствор

ГОСТ 4461-77

Готовят разбавлением 10 мл 65 %-ной азотной кислоты 90 мл дистиллированной воды.

Ксиленоловый оранжевый, 0,03 %-ный раствор. Готовят растворением 0,3 г вещества в мерной колбе, вместимостью 1000 мл в воде.

Аналитические фильтры АФА-ВГ-10

#### Отбор проб воздуха

Воздух с объемным расходом 20 л/мин аспирируют через фильтр. Для измерения 0,5 ОБУВ следует отобрать 198 л воздуха. Отобранные пробы могут храниться длительное время.

#### Подготовка к измерению

Градуировочные растворы (растворы устойчивы в течение месяца) готовят согласно таблице.

Таблица

#### Шкала градуировочных растворов

Номер стандарта	Стандартный раствор № 1, мл	Хлороформ, мл	Содержание вещества в градуировочном растворе, мкг
1	0	5,0	0
2	0,5	4,5	50
3	1,0	4,0	100
4	2,0	3,0	200
5	3,0	2,0	300
6	4,0	1,0	400
7	5,0	0	500

Во все градуировочные растворы добавляют по 7 мл 1 М раствора азотной кислоты, встряхивают в течение 5 мин, кислотный слой декантируют. Из кислотного слоя в колориметрические пробирки отбирают по 5 мл раствора, добавляют в каждую пробирку по 0,5 мл 0,03 %-ного водного раствора ксиленолового оранжевого, перемешивают и через 5 мин измеряют оптическую плотность градуировочных растворов при длине волны 490 нм. Измерение проводят в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм по отношению к раствору сравнения, не содержащего определяемого вещества (стандарт № 1 по таблице).

Строят градуировочный график: на ось ординат наносят значения оптических плотностей градуировочных растворов, на ось абсцисс - соответствующие им величины содержания вещества в градуировочном растворе (в мкг). Проверка градуировочного графика проводится 1 раз в 3 месяца или в случае использования при анализе новой партии реактивов.

#### Проведение измерения

Фильтр с отобранной пробой помещают в пробирку с шлифованной пробкой, заливают 7 мл хлороформа и оставляют на 1 мин, периодически встряхивая. Степень десорбции вещества - 96 %.

Раствор фильтруют через фильтр «синяя лента». Из фильтрата в колориметрическую пробирку отбирают 5 мл раствора, добавляют 7 мл 1 М раствора азотной кислоты, встряхивают в течение 5 мин. Кислотный слой отделяют, отбирают 5 мл раствора в колориметрическую пробирку, добавляют 0,5 мл раствора индикатора и через 5 мин измеряют оптическую плотность аналогично градуировочным растворам.

Количественное определение содержания вещества (в мкг) в анализируемой пробе проводят по предварительно построенному градуировочному графику.

### Расчет концентрации

Концентрацию веществ (С) в воздухе (мг/м<sup>3</sup>) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot b \cdot v}{z \cdot d \cdot V}, \text{ где}$$

a - содержание вещества в анализируемом объеме пробы, мкг;

b - общий объем хлороформенного раствора пробы, мл;

v - общий объем кислотного раствора пробы, мл;

z - объем хлороформенного раствора пробы, взятой для анализа, мл;

d - объем кислотного раствора пробы, взятой для анализа, мл;

V - объем пробы воздуха, отобранного для анализа и приведенного к стандартным условиям, л ( см. приложение 1 ).

Методические указания разработаны Днепропетровским мединститутом, Украина.

Приложение 1

Приведение объема воздуха к стандартным условиям (температура 20 °С и давление 760 мм рт. ст.) проводят по формуле:

$$V_{20} = \frac{V_t(273 + 20) \cdot P}{(273 + t) \cdot 101,33}, \text{ где}$$

V<sub>t</sub> - объем воздуха, отобранный для анализа, л;

P - барометрическое давление, кПа (101,33 кПа = 760 мм рт. ст.);

t - температура воздуха в месте отбора пробы, °С.

Для удобства расчета V<sub>20</sub> следует пользоваться таблицей коэффициентов (приложение 2). Для приведения воздуха к стандартным условиям надо умножить V<sub>t</sub> на соответствующий коэффициент.

Приложение 2

### Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям

°С	Давление P, кПа/мм рт. ст.									
	97,33/730	97,86/734	98,4/738	98,93/742	99,46/746	100/750	100,53/754	101,06/758	101,33/760	101,86/764
-30	1,1582	1,1646	1,1709	1,1772	1,1836	1,1899	1,1963	1,2026	1,2038	1,2122
-26	1,1393	1,1456	1,1519	1,1581	1,1644	1,1705	1,1768	1,1831	1,1862	1,1925
-22	1,1212	1,1274	1,1336	1,1396	1,1458	1,1519	1,1581	1,1643	1,1673	1,1735
-18	1,1036	1,1097	1,1158	1,1218	1,1278	1,1338	1,1399	1,1460	1,1490	1,1551
-14	1,0866	1,0926	1,0986	1,1045	1,1105	1,1164	1,1224	1,1284	1,1313	1,1373
-10	1,0701	1,0760	1,0819	1,0877	1,0936	1,0994	1,1053	1,1112	1,1141	1,1200
-6	1,0540	1,0599	1,0657	1,0714	1,0772	1,0829	1,0887	1,0945	1,0974	1,1032
-2	1,0385	1,0442	1,0499	1,0556	1,0613	1,0669	1,0726	1,0784	1,0812	1,0869
0	1,0309	1,0366	1,0423	1,0477	1,0535	1,0591	1,0648	1,0705	1,0733	1,0789
+2	1,0234	1,0291	1,0347	1,0402	1,0459	1,0514	1,0571	1,0627	1,0655	1,0712
+6	1,0087	1,0143	1,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0475	1,0502	1,0557
+10	0,9944	0,9999	1,0054	1,0108	1,0162	1,0216	1,0272	1,0326	1,0353	1,0407
+14	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	1,0027	1,0074	1,0128	1,0183	1,0209	1,0263
+18	0,9671	0,9725	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	1,0043	1,0069	1,0122
+20	0,9605	0,9658	0,9711	0,9783	0,9816	0,9868	0,9921	0,9974	1,0000	1,0053
+22	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9932	0,9985
+24	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,9917
+26	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	0,9851
+28	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785
+30	0,9288	0,9339	0,9391	0,9440	0,9432	0,9542	0,9594	0,9645	0,9670	0,9723
+34	0,9167	0,9218	0,9268	0,9318	0,9368	0,9418	0,9468	0,9519	0,9544	0,9595
+38	0,9049	0,9099	0,9149	0,9199	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471

Приложение 3

### Вещества, определяемые по ранее утвержденным методическим указаниям по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Определяемое вещество	Ссылка на источник
Аммония полифосфат	Методические указания на фотометрическое определение аммиака в воздухе, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 58
Алюминия сульфат	Методические указания на фотометрическое определение алюминия, окиси алюминия и алюмоникелевого катализатора в воздухе, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 3
2,5-Бифениламин	Методические указания на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны и в

2,3-бисфенилпропандиацилат	системах вентиляционных установок, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 235
Виндидат	Методические указания по измерению концентраций сульфата калия, калийной магнезии и хлорида калия в воздухе рабочей зоны методом пламенной фотометрии, в. 22. - М., 1988. - С. 182
Диэтилентриамин	Методические указания по фотометрическому измерению концентраций третичных жирных аминов и аминспиртов в воздухе рабочей зоны, в. 19. - М., 1984. - С. 137
Дубитель хромовый	Методические указания на фотометрическое определение окиси хрома в воздухе рабочей зоны, в. 14. - М., 1979. - С. 108
Дуниты	Методические указания на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок, в. 1 - 5, - М., 1981, - С. 235
Кобазол	Методические указания по фотометрическому определению кобальта, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 14
Кремния карбид	Методические указания на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 235
Полибутилтерефталат	Методические указания на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 235
Полимер кубовых остатков ректификации стирола (термополимер «КОРС»)	Методические указания на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 235
В-фенилэтиламидхлоруксусная кислота (контроль по бензолу)	Методические указания по газохроматографическому измерению ацетона, дихлорметана, дихлорэтана, трихлорэтилена, бензола в воздухе рабочей зоны, в. 9. - М., 1986. - С. 23
Фториды редкоземельных металлов	Методические указания по ионометрическому измерению концентраций солей фтористоводородной кислоты, в. 21. - М., 1986. - С. 269
Хлопковая мука	Методические указания по фотометрическому определению БВК в воздухе рабочей зоны, в. 18. - М., 1983. - С. 139
Целлюлоза микрокристаллическая	Методические указания на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 235

Приложение 4

**Рис. 1**

Ловушка-концентратор. Общий вид

**Рис. 2**

Ловушка-концентратор